

PENETRATING AGENT FOR ALKALI HAVING HIGH CONCENTRATION

Patent number: JP10037072
Publication date: 1998-02-10
Inventor: UCHIDA TATSUO
Applicant: NIKKA CHEMICAL IND CO LTD
Classification:
- **international:** D06M13/46; D06M11/38; D06M13/17
- **european:**
Application number: JP19960189363 19960718
Priority number(s): JP19960189363 19960718

Report a data error here

Abstract of JP10037072

PROBLEM TO BE SOLVED: To exhibit good stability of a treating bath and penetrating property in a wide range of an alkali concentration by using a specific quaternary ammonium salt as a penetrating agent for carrying out amount-reducing treatment of polyester fiber or a penetrating agent for carrying out mercerization of cotton. **SOLUTION:** This penetrating agent is prepared by using at least one kind of quaternary ammonium salts represented by formula I and formula II [R1 is a 1-12C aliphatic alkyl, hydroxyethyl or benzyl; R2 and R3 are each a 1-3C aliphatic alkyl; R4 is a 1-12C aliphatic alkyl or phenyl; A is a 2-4C alkylene; (m) is an integer of 1-3; (n) is 0 or an integer of 1-5].

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 10 - 37072

(43) 公開日 平成 10 年 (1998) 2 月 10 日

(51) Int. Cl. °	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
D06M 13/46			D06M 13/46	
11/38			11/14	
13/17			13/18	
			13/46	

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平 8 - 189363
(22) 出願日 平成 8 年 (1996) 7 月 18 日

(71) 出願人 000226161
日華化学株式会社
福井県福井市文京 4 丁目 23 番 1 号
(72) 発明者 内田 達夫
福井県武生市豊町 4 番 2 号
(74) 代理人 弁理士 石田 敬 (外 3 名)

(54) 【発明の名称】 高濃度アルカリ用浸透剤

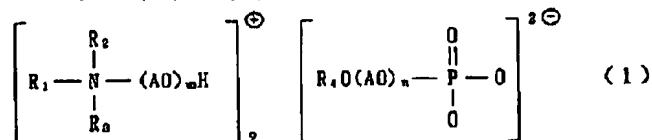
(57) 【要約】

【課題】 高濃度アルカリ浴での安定性に優れ、高浸透性を有する高濃度アルカリ用の浸透剤を提供する。

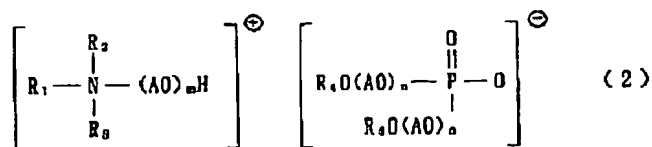
【解決手段】 下記一般式 (1) および (2) で示され

る第 4 級アンモニウム塩の少なくとも 1 種からなる高濃度アルカリ用の浸透剤。

【化 1】



【化 2】



(式中 R₁ は炭素数 1 ~ 12 の脂肪族アルキル基、ヒドロキシエチル基またはベンジル基、R₂ および R₃ はそれぞれ炭素数 1 ~ 3 の脂肪族アルキル基、R₄ は炭素数 1 ~ 12 の脂肪族アルキル基または置換されていないか

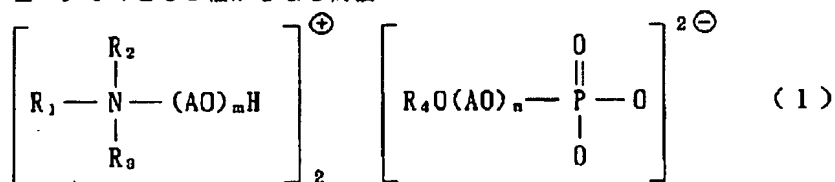
もしくは炭素数 1 ~ 6 のアルキル基により置換されているフェニル基、A はそれぞれ炭素数 2 ~ 4 のアルキレン基を表し、m は 1 ~ 3 の整数、n は 0 または 1 ~ 5 の整数である)

【特許請求の範囲】

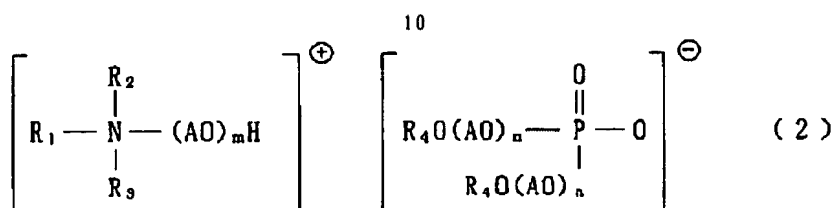
【請求項 1】 下記一般式 (1) および (2) で示される第 4 級アンモニウム塩の少なくとも 1 種からなる高濃

度アルカリ用の浸透剤。

【化 1】



【化 2】



(式中、R₁ は炭素数 1 ~ 12 の脂肪族アルキル基、ヒドロキシエチル基またはベンジル基を表し、R₂ および R₃ はそれぞれ炭素数 1 ~ 3 の脂肪族アルキル基を表し、R₄ は炭素数 1 ~ 12 の脂肪族アルキル基または置換されていないかしくは炭素数 1 ~ 6 のアルキル基により置換されているフェニル基を表し、A はそれぞれ炭素数 2 ~ 4 のアルキレン基を表し、m は 1 ~ 3 の整数であり、n は 0 または 1 ~ 5 の整数である)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高濃度アルカリ用浸透剤に関する。本発明は、特に、染色加工工程における高濃度アルカリ加工、例えば、綿のマーセライズ加工やポリエステル繊維のアルカリ減量加工等において有用な、浴安定性に優れる高性能浸透剤に関する。

【0002】

【従来の技術】高濃度アルカリ用の浸透剤としては、従来、炭素数 1 ~ 8 程度の低級 ~ 中級アルコールおよびそれらのアルキレンオキサイド付加体の硫酸エステルもしくはリン酸エステルを主成分とする浸透剤が多く上市されている。しかしながら、これらの化合物単独で高濃度アルカリ浴での安定性と高浸透性の両性能を十分に満足するものはない。また、高浸透性を得るために中級アルコールを併用する場合が多く、そのため処理浴の安定性が不十分となり、安定した浸透効果が得られない場合も

ある。

【0003】また、最近では、従来用いられていたものよりも高い濃度のアルカリでの浸透性を要求する減量加工もあり、従来知られている化合物を主体とした浸透剤には高浸透性を有し、なおかつ高アルカリの処理浴で安定性に優れるものではなく、その結果マーセライズ加工やアルカリ減量加工等において処理浴の安定性を欠き、アルカリ剤の不均一付着等により、処理布の品質安定性に問題が生じている。

【0004】

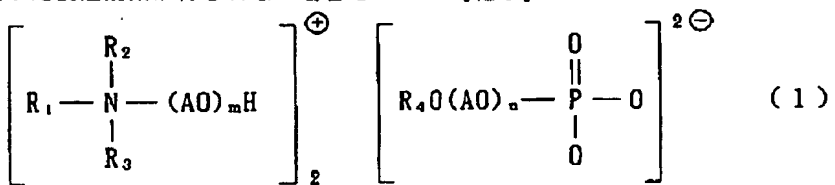
【発明が解決しようとする課題】この発明は、上記の問題を解決するために、高濃度アルカリ浴での安定性に優れ、高浸透性を有する高濃度アルカリ用の浸透剤を提供することを目的としてなされたものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】この発明の発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究した結果、ある種の第 4 級アンモニウム塩が高濃度のアルカリに安定で、なおかつ優れた浸透性を示すことを見出し、この発明を完成するに至ったものである。すなわち、この発明は、下記一般式 (1) および (2) で示される第 4 級アンモニウム塩の少なくとも 1 種からなる高濃度アルカリ用の浸透剤を提供するものである。

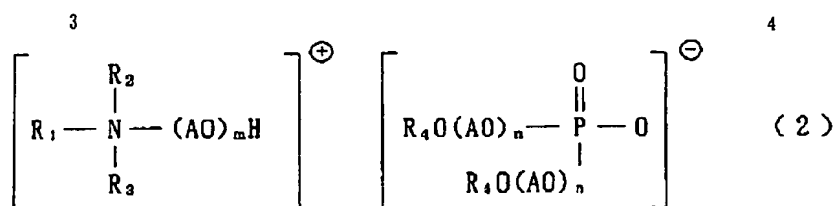
【0006】

【化 3】



【0007】

【化 4】



【0008】（式中、R₁は炭素数1～12の脂肪族アルキル基、ヒドロキエチル基またはベンジル基を表し、R₂およびR₃はそれぞれ炭素数1～3の脂肪族アルキル基を表し、R₄は炭素数1～12の脂肪族アルキル基または置換されていないもしくは炭素数1～6のアルキル基により置換されているフェニル基を表し、Aはそれぞれ炭素数2～4のアルキレン基を表し、mは1～3の整数であり、nは0または1～5の整数である）

【0009】

【発明の実施の形態】この発明に有用な上記一般式

（1）および（2）で示される化合物は、第3級アミンをリン酸エステルで中和し、アルキレンオキシドを90～120℃において導入し、付加反応させることにより容易に合成することができる。ここで使用される第3級アミンの例としては、トリメチルアミン、トリエチルアミン、ジメチルブチルアミン、ジメチルオクチルアミン、ジメチルベンジルアミン、ジメチルエタノールアミンなどが挙げられる。好ましい第3級アミンは、トリメチルアミンおよびトリエチルアミンである。

【0010】また、対塩のリン酸エステルとしては、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、オクタノールなどの低級～中級アルコールや、エチルカルビトール、ブチルカルビトール、プロピレングリコールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノフェニルエーテル、ジエチレングリコールモノフェニルエーテル、エチレングリコールモノメチルフェニルエーテル、エチレングリコールジメチルフェニルエーテル、エチレングリコールモノターシャリーブチルフェニルエーテルなどを無水リン酸、オキシ塩化リンなどのリン酸化剤と反応させて得られるリン酸モノエステルおよびリン酸ジエステルがある。これらは、それぞれ単独でまたは両者の混合物として得られるが、一般にはモノエステルとジエステルの混合物として得られる。これらのリン酸エステルの酸価により任意に第3級アミンで中和量を調整することにより、各種の第3級アミンリン酸エステル塩を得ることができる。好ましいリン酸エステルとしては、ブタノールやブチルカルビトールとリン酸化剤との反応物が挙げられる。

【0011】アルキレンオキシドとしては、エチレンオキシド、プロピレンオキシドおよびブチレンオキシドを挙げることができるが、好ましくはエチレンオキシドおよびプロピレンオキシドである。前記一般式（1）および（2）の化合物において、R₁、R₂お

よびR₃の炭素数の合計が14以上では、アルカリ浴の安定性が悪くなることがある。これらの炭素数の合計は、好ましくは4～10である。また、R₁、R₂、R₃、およびR₄の炭素数の合計が20以上ではアルカリ浴の安定性が悪い場合があり、R₁、R₂、R₃、およびR₄の合計が4以下では高浸透性が得られないことがある。さらに、nは好ましくは0～4である。特に、一般式（2）の化合物においてnの合計が10以上であると、浴安定性が悪くなる。

【0012】この発明の浸透剤には、従来より使用されている硫酸エステル塩やリン酸エステル塩等のアニオン界面活性剤、アルコールのアルキレンオキシド付加物やアルキルフェノールのアルキレンオキシド付加物等の非イオン界面活性剤、トリポリリン酸ソーダ、ニトリロ三酢酸、エチレンジアミン四酢酸等のキレート剤、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、2-エチルヘキサノール、ブチルセロソルブ、ブチルカルビトール等の溶剤等を併用してもよい。

【0013】上記の如き構成を有するこの発明の浸透剤は、アルカリ浴での安定性と浸透性の両性能を満足させることができる。また、この浸透剤は、アニオン活性剤との相溶性も良好であり、そのため処理布への残留もほとんど無く、後工程でのカチオン残留による染料スベック、染色斑等の問題が生じることもない。

【0014】

【実施例】以下、この発明を実施例により具体的に説明するが、この発明はこれらの実施例により何ら限定されるものではない。

実施例 1

反応容器にn-ブタノール222gを仕込み、30℃において、無水リン酸142gを、発熱を考慮しながら、徐々に添加する。添加後、発熱がおさまるのを待って徐々に昇温し、70～90℃で3時間反応させ、n-ブタノールのモノリン酸エステルおよびジリン酸エステルの混合物を得た。この生成物の酸価は455であった。

【0015】次に、別の高圧反応装置に、トリエチルアミン101g、水100gおよび上記で得られたリン酸エステル混合物123gを加え、中和する。そして、窒素ガスで装置内を置換後、昇温し、90～110℃でエチレンオキシド66gを導入し、反応により内圧が低下してから、熟成のための4級化反応を2時間行った後、冷却し、水を加えて、生成物の50%水溶液を得た。

【0016】実施例 2

高压反応装置に、トリメチルアミン 59 g および水 100 g を仕込み、実施例 1 の第 1 段階で得られたリン酸エステル混合物 123 g を加え、中和する。そして、窒素ガスで装置内を置換後、昇温し、90～110℃でエチレンオキサイド 66 g を導入し、反応により内圧が低下してから、熟成のための 4 級化反応を 2 時間行った後、冷却し、水を加えて、生成物の 50% 水溶液を得た。

【0017】実施例 3

高压反応装置に、ジメチルベンジルアミン 135 g および水 150 g を仕込み、実施例 1 の第 1 段階で得られたリン酸エステル混合物 123 g を加え、中和する。そして、窒素ガスで装置内を置換後、昇温し、90～110℃でエチレンオキサイド 66 g を導入し、反応により内圧が低下してから、熟成のための 4 級化反応を 2 時間行った後、冷却し、水を加えて、生成物の 50% 水溶液を得た。

【0018】実施例 4

高压反応装置に、トリメチルアミン 59 g および水 100 g を仕込み、実施例 1 の第 1 段階で得られたリン酸エステル混合物 123 g を加え、中和する。そして、窒素ガスで装置内を置換後、昇温し、90～110℃でプロピレンオキサイド 87 g を導入し、反応により内圧が低下してから、熟成のための 4 級化反応を 2 時間行った後、冷却し、水を加えて、生成物の 50% 水溶液を得た。

【0019】実施例 5

高压反応装置に、ジメチルオクチルアミン 157 g および水 150 g を仕込み、実施例 1 の第 1 段階で得られたリン酸エステル混合物 123 g を加え、中和する。そして、窒素ガスで装置内を置換後、昇温し、90～110℃でエチレンオキサイド 66 g を導入し、反応により内圧が低下してから、熟成のための 4 級化反応を 2 時間行った後、冷却し、水を加えて、生成物の 50% 水溶液を得た。

【0020】実施例 6

反応容器にエタノール 138 g を仕込み、30℃において、無水リン酸 142 g を、発熱を考慮しながら、徐々に添加する。添加後、発熱がおさまるのを待って徐々に昇温し、70～90℃で 3 時間反応させ、エタノールのモノリン酸エステルおよびジリン酸エステルの混合物を得た。この生成物の酸価は 590 であった。

【0021】次に、別の高压反応装置に、トリエチルアミン 101 g、水 100 g および上記で得られたリン酸エステル混合物 95 g を加え、中和する。そして、窒素ガスで装置内を置換後、昇温し、90～110℃でエチレンオキサイド 66 g を導入し、反応により内圧が低下してから、熟成のための 4 級化反応を 2 時間行った後、冷却し、水を加えて、生成物の 50% 水溶液を得た。

【0022】実施例 7

反応容器にブチルカルビトール 486 g を仕込み、30

℃において、無水リン酸 142 g を、発熱を考慮しながら、徐々に添加する。添加後、発熱がおさまるのを待って徐々に昇温し、70～90℃で 3 時間反応させ、ブチルカルビトールのモノリン酸エステルおよびジリン酸エステルの混合物を得た。この生成物の酸価は 270 であった。

【0023】次に、別の高压反応装置に、トリエチルアミン 101 g、水 100 g および上記で得られたリン酸エステル混合物 207 g を加え、中和する。そして、窒素ガスで装置内を置換後、昇温し、90～110℃でエチレンオキサイド 66 g を導入し、反応により内圧が低下してから、熟成のための 4 級化反応を 2 時間行った後、冷却し、水を加えて、生成物の 50% 水溶液を得た。

【0024】比較例 1

ブチルホスフェートの 50% 水溶液

比較例 2

2-エチルヘキサノール硫酸エステルナトリウム塩の 50% 水溶液

比較例 3

ネオレート NA-30 (日華化学 (株) 製、低級アルコールのリン酸エステル塩)

比較例 4

テトラメチルアンモニウムブチルホスフェート塩の 50% 水溶液

比較例 5

ドデシルジメチルベンジルアンモニウムクロリドの 50% 水溶液

性能評価

得られた実施例 1～7 の浸透剤と比較例 1～5 の浸透剤を用いて、下記の性能評価を行った。その結果を表 1 に記す。

【0025】1) アルカリ相溶性

試薬 1 級の苛性ソーダを水に溶解して、それぞれ 20、30 および 35 重量% 濃度の溶液を作り、この中に前記浸透剤 (不揮発分で 50% 濃度のもの) を 10 g/リットルの量で添加し、試験液とする。

評価方法

各試験液を 25℃で放置し、試験液の状態を、下記の基準に基づき目視判定する。

【0026】

○ 無添加と同様に均一透明であり、長時間放置しても変化がない

△ 半透明で長時間 (24 時間) 放置すると分離する

× 油状で短時間で分離する

2) 浸透性

上記 1) の調液方法と同様に調液した試験液を用いる。

【0027】試験法

試験片 (綿メリヤス生機) を 2.5 cm × 2.5 cm に切り、この試験片を 25℃の試験液に浮かべ、表面が完全

に濡れるまでの時間を測定する。値が小さいほど浸透性が良好であると判断する。

3) ピックアップ率

上記1)の調液方法と同様に調液した試験液のうち、試験1級の苛性ソーダ30重量%のものを試験液として用いる。

【0028】試験法

精練済みポリエステル織物(サテン)を上記試験液に通し、マングルによりニップ圧1kg/cm²で絞り(1ディップ-1ニップ)、織物の試験前後の重量変化よりピックアップ率を求める。

ピックアップ率(%) = [(試験後の重量 - 試験前の重量) / 試験前の重量] × 100

値が大きいほど浸透性が良好であると判断する。

【0029】4) 減量効果(パッドスチーム法)

上記1)の調液方法と同様に調液した試験液のうち、試験1級の苛性ソーダ30重量%のものを試験液として用いる。

試験法

精練済みポリエステル織物(サテン)を上記試験液に通し、マングルによりニップ圧1kg/cm²で絞り(1ディップ

表 1

浸透剤	アルカリ相溶性			浸透性(秒)			ピックアップ率 %	減量率 %	残留性
	20 %	30 %	35 %	20 %	30 %	35 %			
実施例 1	○	○	○~△	1	9	13	96.2	23.1	○
実施例 2	○	○	○	68	31	19	95.6	22.9	○
実施例 3	○	○	△~○	1	9	21	94.9	23.9	○
実施例 4	○	○	○~△	29	8	11	95.6	23.0	○
実施例 5	○	○	△~○	1	10	53	96.0	27.1	△~○
実施例 6	○	○	○	45	22	37	94.5	22.7	○
実施例 7	○	○	○~△	11	54	76	95.9	23.2	○
比較例 1	○	△	×	14	104	300<	85.3	22.1	○
比較例 2	○~△	×	×	1	88	175	79.2	22.0	○
比較例 3	○	○~△	△	300<	59	88	95.1	22.1	○
比較例 4	○	×	×	300<	300<	300<	89.2	22.7	○
比較例 5	×	×	×	300<	300<	300<	74.4	30.1	×
無し	-	-	-	300<	300<	300<	82.8	18.4	○

【0033】

【発明の効果】この発明の高濃度アルカリ用の浸透剤は、従来から用いられている硫酸エステルやリン酸エステルなどからなる浸透剤と比較し、広範囲のアルカリ濃

度において良好な処理浴安定性と浸透性を有し、ポリエステルのアルカリ減量用の浸透剤や、綿のマーセライズ加工用の浸透剤として有利に用いることができる。

【0030】減量率(%) = [(原布の重量 - 処理布の重量) / 原布の重量] × 100

値が大きいほど減量効果が良好であると判断する。

5) 残留性(処理布に残留したカチオン活性剤を定性する)

上記4)と同様に処理した処理布に、染料(CI Direct Black 22)0.5重量%(対処理布)を使用し、30℃で20分間の染色処理後の着色の程度を未処理布と比較して下記の基準に基づき評価し、着色が強いものほど残留性が高いものと判断する。

【0031】

○ 未処理布と同程度でほとんど染まらない

△ やや染まる

× かなり染まる

【0032】

【表1】